

Process for the preparation of polyglycerines.

Publication number: EP0296341 (A2)

Publication date: 1988-12-28

Inventor(s): JAKOBSON GERALD DR DIPL-CHEM; LINKE HORST; SIEMANOWSKI WERNER DR DIPL-CHE

Applicant(s): SOLVAY WERKE GMBH [DE]

Classification:

- international: C08G65/34; C07C41/00; C07C41/16; C07C43/13; C07C67/00; C07D319/12; C07D321/00; C07D323/00; C08G65/22; C08G65/24; C08G65/28; C07C41/00; C07C43/00; C07C67/00; C07D319/00; C07D321/00; C07D323/00; C08G65/00; (IPC1-7): C07C29/62; C07C31/42; C07C41/16; C07C43/13

more >>

- European: C07C41/16; C07C43/13D2; C07C43/13M

Application number: EP19880107269 19880506

Priority number(s): DE19873721003 19870625; DE19883811826 19880408

Also published as:

- EP0296341 (A3)
- EP0296341 (B1)
- US4973763 (A)
- JP1022922 (A)
- GR3008143 (T3)

Cited documents:

- US2520670 (A)
- DE197309 (C)
- DE197308 (C)
- DE3410520 (A1)
- DE2455327 (A1)

Abstract of EP 0296341 (A2)

Polyglycerols which may contain a small amount of cyclic component are prepared by reaction of glycerols in the heat. The glycerol and/or diglycerol is converted at temperatures of 340 K to 410 K to a mixture comprising glycerol alpha -monochlorohydrin or diglycerol alpha -monochlorohydrin and glycerol or diglycerol using gaseous hydrogen chloride or concentrated hydrochloric acid. The mixture or the glycerol alpha -monochlorohydrin or diglycerol alpha -monochlorohydrin separated off from the mixture is added at temperatures of 320 K to 410 K to alkali metal glycerolate and/or alkali metal diglycerolate. The glycerol and/or diglycerol/polyglycerol mixture is diluted to a 70 to 40 % strength by weight solution by addition of water and desalts at temperatures of 30 to 80 DEG C using a combination of strongly acidic cation and subsequently weakly basic anion exchangers and purified in this manner.

Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

Veröffentlichungsnummer:

0 296 341
A2



EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

② Anmeldenummer: 88107269.8

④ Int. Cl. C07C 43/13, C07C 41/16,
C07C 31/42, C07C 29/62

② Anmeldetag: 06.05.88

② Priorität: 25.06.87 DE 3721003
08.04.88 DE 3811826

④ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
28.12.88 Patentblatt 88/52

④ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE

② Anmelder: DEUTSCHE SOLVAY-WERKE GMBH
Langhansstrasse 6
D-5650 Solingen 11(DE)

② Erfinder: Jakobson, Gerald, Dr. Dipl.-Chem.
Willinger Weg 21
D-4134 Rheinberg(DE)
Erfinder: Linke, Horst
Hesperstrasse 32
D-4134 Rheinberg(DE)
Erfinder: Slesmanowski, Werner, Dr.
Dipl.-Chem.
Am Annaberg 18
D-4134 Rheinberg(DE)

④ Vertreter: Seiler, Siegfried
c/o DEUTSCHE SOLVAY-WERKE GmbH
Langhansstrasse 6 Postfach 11 02 70
D-5650 Solingen 11(DE)

④ Verfahren zur Herstellung von Polyglycerinen.

④ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Polyglycerinen, gegebenenfalls mit einem geringen Anteil an cyclischen Komponenten, durch Umsetzung von Glycerinen in der Wärme. Das Glycerin und/oder Diglycerin wird bei Temperaturen von 340 K bis 410 K mit gasförmigem Chlorwasserstoff oder konzentrierter Salzsäure zu einem Gemisch aus α -Monochlorhydrin des Glycerins oder Diglycerins und Glycerin oder Diglycerin umgesetzt und das Gemisch oder das aus dem Gemisch abgetrennte α -Monochlorhydrin des Glycerins oder Diglycerins bei Temperaturen von 320 K bis 410 K zu Alkaliglycerinolat und/oder Alkalidiglycerinolat gegeben. Das erhaltenen Glycerin- und/oder Diglycerin-Polyglyceringemisch wird durch Wasserzugabe auf eine 70 bis 40 gew.-%ige Lösung verdünnt und bei Temperaturen von 30 bis 80 °C über eine Kombination von stark sauren Kationen- und nachfolgenden schwach basischen Anionenaustauschern entsalzt und auf diese Weise gereinigt.

EP 296 341 A2

Verfahren zur Herstellung von Polyglycerinen

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Polyglycerinen durch Umsetzung von Glycerinen in der Wärme.

Aus der DE-OS 24 55 327 ist bereits ein Verfahren zur Herstellung von Polyglycerinen (gegebenenfalls mit geringem Anteil an cyclischen Komponenten) durch sauer katalysierte Umsetzung von Glycerinen in der Wärme bekannt, wobei das Glycerin in Gegenwart von Schwefelsäure und Glycerinacetat unterhalb von 20 mm Hg zum Polyglycerin kondensiert wird. Nachteilig ist bei diesem Verfahren die Bildung von Nebenprodukten wie Acrolein und Schwefelsäureester. Ein weiterer Nachteil besteht in der notwendigen Verwendung von absolut reinem Glycerin, da sonst eine starke Verfärbung der Ansätze durch die heiße Schwefelsäure erfolgt.

Ziel und Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, diese Nachteile zu vermeiden und ein Verfahren zu finden, das unter geringem apparativen Aufwand sowie ohne weitere Zusätze von Hilfsmitteln die Herstellung von Polyglycerinen ermöglicht.

Erfindungsgemäß wurde festgestellt, daß diesen Zielen und Aufgaben ein Verfahren zur Herstellung von Polyglycerinen (gegebenenfalls mit geringem Anteil an cyclischen Komponenten) durch Umsetzung von Glycerinen in der Wärme gerecht wird, wobei Glycerin und/oder Diglycerin bei Temperaturen von 340 K bis 410 K mit gasförmigem Chlorwasserstoff oder mit konzentrierter Salzsäure zu einem Gemisch, bestehend im wesentlichen aus α -Monochlorhydrin des Glycerins oder des Diglycerins und Glycerin und/oder Diglycerin umgesetzt und das entstandene Gemisch oder das aus dem Gemisch abgetrennte α -Monochlorhydrin des Glycerins oder Diglycerins bei Temperaturen von 320 K bis 410 K zu Alkaliglycerinolat und/oder Alkalidiglycerinolat gegeben wird, wonach das so hergestellte Glycerin- und/oder Diglycerin-Polyglyceringemisch von den entstandenen Alkalichloriden sowie das Glycerin und/oder Diglycerin von dem Polyglycerin getrennt werden.

Die Umsetzung des Glycerins und/oder Diglycerins mit gasförmigem Chlorwasserstoff oder mit konzentrierter Salzsäure erfolgt dabei in Gegenwart eines Katalysators, vorzugsweise einer flüssigen gesättigten C₁-C₃ Carbonsäure, in einer Konzentration des Katalysators (bezogen auf die Gesamtgewichtsmenge des eingesetzten Glycerins und/oder Diglycerins von 0,5 bis 3 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 2 Gew.-%).

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das Glycerin und/oder Diglycerin bei Temperaturen von

340 K bis 410 K mit gasförmigem Chlorwasserstoff oder mit konzentrierter Salzsäure in Gegenwart eines Katalysators umgesetzt und das entstandene Gemisch oder das aus dem Gemisch abgetrennte

5 α -Monochlorhydrin des Glycerins oder Diglycerins bei Temperaturen von 320 K bis 410 K zu einem Alkaliglycerinolat und/oder Alkalidiglycerinolat, das eine alkalisch reagierende Substanz, vorzugsweise Alkalihydroxid, enthält, gegeben, wonach das so hergestellte Glycerin- und/oder Diglycerin-Polyglyceringemisch von den entstandenen Alkalichloriden sowie das Glycerin und/oder Diglycerin von dem Polyglycerin getrennt werden.

Nach einer bevorzugten Ausführungsform weist 15 das mit gasförmigem Chlorwasserstoff oder mit konzentrierter Salzsäure umzusetzende Glycerin und/oder Diglycerin einen Glycerin- und/oder Diglyceringehalt von mehr als 80 Gew.-%, vorzugsweise mehr als 90 Gew.-%, auf. Das nicht umgesetzte 20 Glycerin sowie gegebenenfalls ein Teil des Diglycerins werden vorzugsweise durch fraktionierte Destillation von dem Polyglycerin getrennt.

Das eingesetzte Alkaliglycerinolat und/oder Alkalidiglycerinolat weist einen Alkaliglycerinolat- 25 oder Alkalidiglycerinolatgehalt von mehr als 80 Gew.-%, vorzugsweise mehr als 90 Gew.-%, auf und enthält vorzugsweise zusätzlich einen alkalisch reagierenden Bestandteil, vorzugsweise Alkalihydroxid.

30 Als Chlorwasserstoffgas wird im Rahmen des Verfahrens reiner Chlorwasserstoff oder ein Chlorwasserstoffgasgemisch, vorzugsweise ein Chlorwasserstoffgasgemisch, das bei der Vinylchloridherstellung und/oder Allylchloridherstellung anfällt, eingesetzt.

Als konzentrierte Salzsäure wird eine Salzsäure eingesetzt, die ein Gehalt von 10 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 30 bis 35 Gew.-%, HCl aufweist. Nach einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das α -Monochlorhydrin des Glycerins und/oder Diglycerins in das vorgelegte Glycerinolat und/oder Diglycerinolat unter Umrühren zugefügt, vorzugsweise durch kontinuierliche Zugabe.

45 Gemäß einer vorteilhaften Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das α -Monochlorhydrin des Glycerins und/oder Diglycerins gleichzeitig mit dem Glycerinolat und/oder Diglycerinolat kontinuierlich in einen vorzugsweise thermostabilisierten Durchlaufreaktor eingetragen, wodurch kurze Reaktionszeiten erzielt werden können.

Nach vollendeter Reaktion oder nach der Bildung der Polyglycerine wird vorzugsweise ein Teil des entstandenen Alkalichlorids durch an sich be-

kannte physikalische Verfahren, vorzugsweise durch Sedimentation und oder Zentrifugation als Feststoff und der andere Teil nach Zugabe von Wasser über Ionenaustauscher in an sich bekannter Weise vom entstandenen Polyglyceringemisch, beispielsweise gemäß dem Verfahren der DE-OS 34 10 520, abgetrennt.

Weiterhin sollte eine verbesserte Reinigung des erfundungsgemäß erhaltenen Glycerin- und oder Diglycerin-Polyglyceringemisches erzielt werden.

Erfundungsgemäß erfolgt die Reinigung des erhaltenen Glycerin- und oder Diglycerin-Polyglyceringemisches durch Verdünnung mit Wasser auf eine 70 bis 40 gew.-%ige Lösung, vorzugsweise 60 bis 50 gew.-%ige Lösung, die bei Temperaturen von 30 bis 80 °C, vorzugsweise 40 bis 60 °C über eine Kombination von stark sauren Kationen- und nachfolgenden schwach basischen Anionenaustauschern entsalzt wird.

Die Regenerierung der Kationenaustauschermasse in den Kationenaustauschern erfolgt bevorzugt mittels einer Gleichstrom- oder Verbund-Gleichstrom-Regenerierung.

Nach einer bevorzugten Ausführungsform werden nach der Regenerierung die Salze ausgewaschen. Nach Beendigung des Auswaschvorganges wird die polyglycerinhaltige, vorzugsweise diglycerinhaltige Lösung durch die Ionenaustauscher durchgeleitet und die den Anionenaustauscher verlassende polyglycerinhaltige, vorzugsweise diglycerinhaltige Lösung bis zur Erreichung eines Polyglyceringehaltes, vorzugsweise Diglyceringehaltes, von 20 Gew.-%, vorzugsweise bis zur Erreichung eines Polyglyceringehaltes, vorzugsweise Diglyceringehaltes, von 15 Gew.-%, zurückgeleitet und zur Herstellung der 70 - 40 gew.-%igen, vorzugsweise 60 - 50 gew.-%igen, polyglycerinhaltigen, vorzugsweise diglycerinhaltigen Ausgangslösung mitverwendet.

Die Durchleitung der polyglycerinhaltigen, vorzugsweise diglycerinhaltigen Lösung erfolgt durch die Ionenaustauscher bevorzugt unter einem Überdruck.

Die polyglycerinhaltige, vorzugsweise diglycerinhaltige Lösung wird dabei unter einem Druck von 1,1 - 10 bar, vorzugsweise 2 - 6 bar, durch die Ionenaustauscher, d.h. durch einen oder mehreren Kationenaustauscher und mindestens einen Anionenaustauscher geleitet. Zur Steuerung und Aufrechterhaltung des Druckes sind an einer oder mehreren Stellen in der Leitung oder an den Ionenaustauschern Ventile angebracht.

Dabei wird zweckmäßig die polyglycerinhaltige, vorzugsweise diglycerinhaltige Lösung mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 0,5 m/h bis 15 m/h, vorzugsweise 1 m/h bis 5 m/h, durch die Ionenaustauscher geleitet.

Als Kationenaustauschermassen und Anionenaustauschermassen werden bevorzugt solche verwendet, die temperaturbeständig bis über 80 °C, vorzugsweise bis über 100 °C, sind.

Die Ionenaustauschermasse des Kationenaustauschers und oder Anionenaustauschers ist zweckmäßig von einer Siebplatte, Lochplatte oder einer in der Höhenrichtung des Ionenaustauschers verschiebbar angeordneten, die Austauschermasse abdeckenden und einen gleichmäßigen Flüssigkeitsdurchtritt ermöglichen Vorrang und/oder einer inerten Preßmasse und/oder elastischen Kunststoffmasse bedeckt.

Die stark saure Kationenaustauschermasse und die schwach basische Anionenaustauschermasse besitzen bevorzugt eine innere Oberfläche (gemessen nach Methode BET) von mehr als 25 m² g, vorzugsweise 50 bis 100 m² g.

Ausführungsbeispiel 1

In eine Lösung von 1.104 kg 99,5%iges Glycerin (12 mol) und 31,5 g 35%ige Essigsäure wurden bei ca. 383 K 2,5 h lang Chlorwasserstoff eingeleitet, wobei die Gewichtszunahme ca. 40 % betrug. 500 g dieser Lösung wurden unter Röhren innerhalb von 1,25 h in einen Reaktor eingetragen, worin sich 92 g (1 mol) Glycerin, 269,4 g 50%ige Natronlauge und 180 ml destilliertes Wasser bei 393 K befanden.

Nach weiteren 5 h wurde das Reaktionsgemisch mit destilliertem Wasser verdünnt, über Ionenaustauscher entsalzt und abschließend im Vakuum eingedampft.

Das Produktgemisch hatte folgende Zusammensetzung (in Gewichtsprozent): Glycerin 29,1, cyclisches Diglycerin 1,2, Diglycerin 31,7, cyclisches Triglycerin 1,7, Triglycerin 17,1, cyclisches Tetraglycerin 0,9, Tetraglycerin 9,1, cyclisches Pentaglycerin 0,1, Pentaglycerin 4,9, Hexaglycerin 2,8, Heptaglycerin 1,3.

Ausführungsbeispiel 2

111 g (1 mol) α -Monochlorhydrin wurden unter Röhren in einen Reaktor eingetragen, worin sich 92 g (1 mol) Glycerin und 81 g 50%ige Natronlauge (1,1 mol) bei 343 - 358 K befanden. Nach 5 min wurde das Reaktionsgemisch mit destilliertem Wasser verdünnt, über Ionenaustauscher entsalzt und abschließend im Vakuum eingedampft. Das Produktgemisch hatte folgende Zusammensetzung (in Gew.-%): Glycerin 35,0, cyclisches Diglycerin 0,3, Diglycerin

33.5. cyclisches Triglycerin 0.2, Triglycerin 18.0, cyclisches Tetraglycerin 0.1, Tetraglycerin 8.4, Pentaglycerin 3.4, Hexaglycerin 1.2, Heptaglycerin 0.1.

Ausführungsbeispiel 3

111 g (1 mol) α -Monochlorhydrin wurden unter Röhren in einen Reaktor eingetragen, worin sich 166 g (1 mol) Diglycerin und 88 g 55%ige Natronlauge (1.1 mol) bei 343-358 K befanden. Nach 5 min. wurde das Reaktionsgemisch mit destilliertem Wasser verdünnt, über Ionenaustauscher entsalzt und abschließend im Vakuum eingedampft.

Das Produktgemisch hatte folgende Zusammensetzung (in Gew.-%): Glycerin 4.5, cyclisches Diglycerin 0.1, Diglycerin 35.4 cyclisches Triglycerin 0.2, Triglycerin 30.8, cyclisches Tetraglycerin 0.1, Tetraglycerin 17.5, Pentaglycerin 8.0, Hexaglycerin 3.0, Heptaglycerin 0.4.

Ausführungsbeispiel für das Verfahren unter Verwendung von Ionenaustauschern:

Das nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Polyglycerin und/oder Diglycerin wird mit Wasser auf eine 55 gew.%ige Polyglycerinlösung, vorzugsweise Diglycerinlösung, verdünnt.

Die erhaltene Lösung wird bei einer Temperatur zwischen 40 bis 60 °C nacheinander durch einen stark sauren Ionenaustauscher mit einer Ionenaustauschermasse, die über einen Sieb- bzw. Düsenboden angeordnet ist, geleitet.

Die den Siebboden verlassende polyglycerinhaltige, vorzugsweise diglycerinhaltige Lösung tritt in den nachgeschalteten Ionenaustauschbehälter ein, in welchem über dem Düsen- bzw. Siebboden eine schwach basische Ionenaustauschermasse angeordnet ist, die von einer inerten Preßmasse überlagert wird. Die aus den Anionenaustauscher austretende wäßrige Lösung mit einem Salzgehalt von weniger als 0.5 Gew.-% wird zur Destillationsanlage überführt und durch fraktionierte Destillation aufgetrennt.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Polyglycerinen (gegebenenfalls mit geringem Anteil an cyclischen Komponenten) durch Umsetzung von Glycerinen in der Wärme, dadurch gekennzeichnet, daß Glycerin und/oder Diglycerin bei Temperaturen von 340 K bis 410 K mit gasförmigem Chlorwasserstoff oder mit konzentrierter Salzsäure zu einem Gemis-

sch. bestehend im wesentlichen aus α -Monochlorhydrin des Glycerins oder Diglycerins und Glycerin und/oder Diglycerin, umgesetzt und das entstandene Gemisch oder das aus dem Gemisch abgetrennte α -Monochlorhydrin des Glycerins oder Diglycerins bei Temperaturen von 320 K bis 410 K zu Alkaliglycerinolat und/oder Alkalidiglycerinolat gegeben wird, wonach das so hergestellte Glycerin- und/oder Diglycerin-Polyglyceringemisch von den entstandenen Alkalichloriden sowie das Glycerin und/oder Diglycerin von dem Polyglycerin getrennt werden.

5 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Umsetzung des Glycerins und/oder Diglycerins mit gasförmigem Chlorwasserstoff oder mit konzentrierter Salzsäure in Gegenwart eines Katalysators, vorzugsweise einer flüssigen gesättigten C₁-C₃ Carbonsäure, in einer Konzentration des Katalysators (bezogen auf die Gesamtgewichtsmenge des eingesetzten Glycerins und/oder Diglycerins) von

15 0.05 bis 3 Gew.-%, vorzugsweise 0.5 bis 2 Gew.-%,

20 erfolgt.

25 3. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Glycerin und/oder Diglycerin bei Temperaturen von 340 K bis 410 K mit gasförmigem Chlorwasserstoff oder mit konzentrierter Salzsäure in Gegenwart eines

30 Katalysators umgesetzt und das entstandene Gemisch oder das aus dem Gemisch abgetrennte α -Monochlorhydrin des Glycerins oder Diglycerins bei Temperaturen von 320 K bis 410 K zu einem Alkaliglycerinolat und/oder Alkalidiglycerinolat gegeben wird, das eine alkalisch reagierende Substanz, vorzugsweise Alkalihydroxid, enthält, wonach das so hergestellte Glycerin- und/oder Diglycerin-Polyglyceringemisch von den entstandenen Alkalichloriden sowie das Glycerin und/oder Diglycerin

35 von dem Polyglycerin getrennt werden.

40 4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das mit gasförmigem Chlorwasserstoff oder mit konzentrierter Salzsäure umzusetzende Glycerin und/oder Diglycerin einen Glycerin- und/oder Diglyceringehalt von

45 mehr als 80 Gew.-%, vorzugsweise

mehr als 90 Gew.-%,

50 aufweist und das nicht umgesetzte Glycerin sowie gegebenenfalls ein Teil des Diglycerins durch fraktionierte Destillation von dem Polyglycerin getrennt werden.

55 5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das eingesetzte Alkaliglycerinolat und/oder Alkalidiglycerinolat einen Alkaliglycerinolat- oder Alkalidglycerinolatgehalt von

mehr als 80 Gew.-%, vorzugsweise

mehr als 90 Gew.-%, aufweist und zusätzlich einen alkalisch reagierenden Bestandteil, vorzugsweise Alkalihydroxid, enthält.

6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Chlorwasserstoffgas reiner Chlorwasserstoff oder ein Chlorwasserstoffgasgemisch, vorzugsweise ein Chlorwasserstoffgasgemisch, das bei der Vinylchloridherstellung und/oder Allylchloridherstellung anfällt, eingesetzt wird.

7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß als konzentrierte Salzsäure eine Salzsäure eingesetzt wird, die ein Gehalt von 10 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 30 bis 35 Gew.-%.

HCl aufweist.

8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das α -Monochlorhydrin des Glycerins und/oder Diglycerins in das vorgelegte Glycerinolat und/oder Diglycerinolat unter Umrühren zugefügt wird, vorzugsweise durch kontinuierliche Zugabe.

9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das α -Monochlorhydrin des Glycerins und/oder Diglycerins gleichzeitig mit dem Glycerinolat und/oder Diglycerinolat in einen Durchlaufreaktor eingetragen werden.

10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß nach vollendeter Reaktion oder nach der Bildung der Polyglycerine ein Teil des entstandenen Alkalichlorids durch an sich bekannte physikalische Verfahren, vorzugsweise durch Sedimentation und/oder Zentrifugation als Feststoff und der andere Teil nach Zugabe von Wasser über Ionenaustauscher in an sich bekannter Weise vom entstandenen Polyglyceringemisch abgetrennt wird.

11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Glycerin- und/oder Diglycerin-Polyglyceringemisch durch Wasserzugabe auf eine 70 bis 40 gew.-%ige Lösung, vorzugsweise 60 bis 50 gew.-%ige Lösung, verdünnt und bei Temperaturen von 30 °C bis 80 °C, vorzugsweise von 40 °C bis 60 °C, über eine Kombination von stark sauren Kationen- und nachfolgenden schwach basischen Anionenaustauschern entsalzt wird.

12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Regenerierung der Kationenaustauschermasse in den Kationenaustauschern mittels einer Gleichstrom- oder Verbund-Gleichstrom-Regeneration erfolgt.

13. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß nach der Regenerierung die Salze ausgewaschen, nach Beendigung des Auswaschvorganges die polyglycerinhaltige, vorzugsweise diglycerinhaltige Lösung durch die Ionenaustauscher durchgeleitet wird und die den Anionenaustauscher verlassende polyglycerinhaltige, vorzugsweise diglycerinhaltige Lösung bis zur Erreichung eines Polyglyceringehaltes, vorzugsweise Diglyceringehaltes, von 20 Gew.-%, vorzugsweise bis zur Erreichung eines Polyglyceringehaltes, vorzugsweise Diglyceringehaltes, von 15 Gew.-%, zurückgeleitet und zur Herstellung der

5 70 - 40 gew.-%igen, vorzugsweise 60 - 50 gew.-%igen, polyglycerinhaltigen, vorzugsweise diglycerinhaltigen Ausgangslösung mitverwendet wird.

14. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchleitung der polyglycerinhaltigen, vorzugsweise diglycerinhaltigen Lösung durch die Ionenaustauscher unter Überdruck erfolgt.

15. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die polyglycerinhaltige, vorzugsweise diglycerinhaltige Lösung unter einem Druck von

20 1,1 - 10 bar, vorzugsweise 2 - 6 bar,

25 durch einen oder mehrere Kationenaustauscher und mindestens einen Anionenaustauscher geleitet wird.

16. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Ionenaustauschermasse des Kationenaustauschers und/oder Anionenaustauschers von einer Siebplatte, Lockplatte oder einer in der Höhenrichtung des Ionenaustauschers verschiebbar angeordneten, die Austauschermasse abdeckenden und 30 einen gleichmäßigen Flüssigkeitsdurchtritt ermöglichen, Vorrichtung und/oder einer inerten Preßmasse und/oder elastischen Kunststoffmasse bedeckt ist.

17. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß die eingesetzten Kationenaustauschermassen und Anionenaustauschermassen temperaturbeständig bis über 80 °C, vorzugsweise bis über 100 °C,

40 sind.

18. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die stark saure Kationenaustauschermasse und die schwach basische Anionenaustauschermasse eine innere Oberfläche (gemessen nach Methode BET) von

mehr als 25 m², vorzugsweise
50 bis 100 m².
aufweisen.
19. Verfahren nach einem oder mehreren der
Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß
die polyglycerinhaltige, vorzugsweise diglycerinhaltige
Lösung mit einer Strömungsgeschwindigkeit
von
0,5 m/h bis 15 m/h, vorzugsweise
1 m/h bis 5 m/h,
durch die Ionenaustauscher geleitet wird.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

6